



TECHNISCHE  
UNIVERSITÄT  
DARMSTADT

ULB

# Infrarotspektroskopische Untersuchungen zum quantitativen und qualitativen Nachweis von Restlösemitteln in Tiefdrucken

Scheuter, Karl R.; Dosdoğru, Günay  
(1969)

DOI (TUprints): <https://doi.org/10.25534/tuprints-00014140>

Lizenz:



CC-BY 4.0 International - Creative Commons, Namensnennung

Publikationstyp: Artikel

Fachbereich: 16 Fachbereich Maschinenbau

16 Fachbereich Maschinenbau

Quelle des Originals: <https://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de/14140>

---

# **Infrarotspektroskopische Untersuchungen zum qualitativen und quantitativen Nachweis von Restlösemitteln in Tiefdrucken**

# Infrarotspektroskopische Untersuchungen zum qualitativen und quantitativen Nachweis von Restlösemitteln in Tiefdrucken

Karl R. Scheuter  
Günay Dosdogru

Für den Trocknungsgrad eines Druckproduktes ist der im Druckprodukt vorhandene Restlösemittelgehalt verantwortlich. Eine direkte Aussage über den Trocknungsgrad kann deswegen nur durch Bestimmung des Restlösemittelgehaltes am Druckprodukt selbst erfolgen. Die Definition des Restlösemittelgehaltes  $L_G$  kann wie folgt geschehen<sup>1</sup>:

$$L_G = \frac{\text{Restlösemittelmenge } m_L}{\text{bedruckte Fläche } F_B} \quad [\text{mg/cm}^2], [\text{g/m}^2] \quad (1)$$

Korrekt wäre es – wie bei der Beschreibung der Trocknung von Festkörpern allgemein üblich ist – den Restlösemittelgehalt mit  $X$  zu bezeichnen, wobei  $X$  das Verhältnis der Restlösemittelmenge zur Gewichtseinheit des trockenen oder des nassen Gutes (in unserem Falle der Druckfarbe) bedeutet.

Da aber eine exakte Bestimmung der auf dem Druckprodukt vorhandenen Farbmenge nicht einfach ist, soll vorläufig Gl. (1) als Definitionsgleichung beibehalten werden.

Wenn die Lösemittelmenge in Volumeneinheiten angegeben wird (z. B. bei der Eichung), so errechnet sich  $m_L$  mit  $V_L$  = Lösemittelmenge in Volumeneinheiten und  $\rho_L$  = Dichte des Lösemittels, wie folgt:

$$m_L = V_L \cdot \rho_L \quad [\text{g}], [\text{mg}] \quad (2)$$

Eine indirekte Aussage über den Restlösemittelgehalt eines Druckproduktes kann auch durch die Bestimmung der Lösemittelkonzentration in der Abluft gewonnen werden. Diese Methode erlaubt höchstens eine näherungsweise Aussage über den Trocknungsgrad, die in einigen Fällen ausreichend sein mag. Eine direkte Messung des im Druckprodukt vorhandenen Restlösemittelgehaltes, die nach Möglichkeit auch kontinuierlich an laufenden Produktionsmaschinen erfolgen soll, damit evtl. eine automatische Trocknungsregelung vorgenommen werden kann, ist bisher nicht bekannt geworden.

Im Rahmen eines im Institut für Druckmaschinen und Druckverfahren laufenden Forschungsvorhabens, das die Optimierung der Trockeneinrichtungen für Druckmaschinen und die Untersuchung des Trockenvorganges von Druckfarben zum Ziel hat, wird in dieser Richtung ein erster Schritt unternommen, der zunächst auf eine Labortiefdruckmaschine beschränkt ist.

Über die durchgeführten Vorversuche wird in einer späteren Veröffentlichung berichtet. An dieser Stelle sei nur eine kurze Beschreibung des Meßverfahrens gegeben. Eine bedruckte Bahn wird unmittelbar nach dem Trockner laufend durch den Strahlen-

gang eines Infrarotspektrophotometers geführt, das die Möglichkeit bietet, bei einer ausgesuchten, konstanten Wellenlänge Lichtintensitätsänderungen, die durch Schwankungen der Restlösemittelmenge hervorgerufen werden, kontinuierlich in Abhängigkeit von der Zeit zu registrieren. Mit Hilfe einer Eichung kann dann der Restlösemittelgehalt bestimmt werden.

Es ist denkbar, daß nach dem endgültigen Abschluß des Vorhabens mit den bereits gewonnenen Erkenntnissen ein auf die Praxis zugeschnittenes Abtast-Gerät entwickelt werden kann, das nahezu bei jeglicher Stoffkombination (Druckfarbe/Bedruckstoff) eine kontinuierliche und zerstörungsfreie Messung des Restlösemittelgehaltes an laufenden Produktionsmaschinen erlaubt. Bisher konnte man sich in der Praxis dadurch helfen, daß man mit Hilfe von bedruckten Proben – also im stationären Zustand – Abschmierversuche durchgeführt hat, die die für den Mehrfarbendruck bzw. für das Endprodukt notwendigen Voraussetzungen hinsichtlich des Abschmierverhaltens des Druckes klären sollten. Solche Versuche sind für das Hochdruck- und das Offsetdruckverfahren einfach und ohne großen Zeitaufwand, beispielsweise mit Hilfe eines Probedruckgerätes, durchzuführen. Sie erlauben jedoch keine quantitativen Aussagen.

Es gibt aber Fälle bei denen, selbst wenn die Abschmierversuche zu befriedigenden Resultaten geführt haben sollten, trotzdem eine Bestimmung des Restlösemittelgehaltes notwendig ist. Man denke z. B. an die Verpackungsindustrie für Lebensmittel, die jegliche Geruchs- bzw. Geschmacksänderungen durch das Druckprodukt streng kontrollieren muß. In solchen Fällen sind hochempfindliche Analysenmethoden, wie die Gaschromatographie oder die Infrarotspektroskopie notwendig, weil die Menge des nachzuweisenden Restlösemittels meistens sehr gering ist. In einer früheren Institutsveröffentlichung [1] wurde z. B. über solche Messungen mit Hilfe der Gaschromatographie berichtet. Gaschromatographische Messungen wurden ferner von Dätwyler [2] zur Bestimmung der Lösemittelmengen bei Trocknung von Lacken durchgeführt. Hier wird nun ein Meßverfahren beschrieben, das auf der Infrarotspektroskopie beruht, und das wegen seiner Einfachheit bezüglich des apparativen Aufbaus und wegen seiner verhältnismäßig schnellen Durchführung gegenüber der gaschromatographischen Methode der Restlösemittelbestimmung sehr viele Vorteile bietet. Es ist dazu ein IR-Spektralphotometer und eine heizbare Gasküvette mit einem dazugehörigen Netzanschluß- und Temperaturmeßgerät notwendig. Die heizbare Gasküvette ist je nach Fabrikat des IR-Spektralphotometers meistens vom Hersteller als Zusatzeinrichtung käuflich zu erwerben. Es ist auch nicht schwierig, eine solche Küvette selbst herzustellen.

In Bild 1 ist das IR-Spektralphotometer mit der heizbaren Gasküvette im Strahlengang zu sehen. Auf der rechten Seite des Bildes ist das Netzanschluß- und Temperaturmeßgerät zu sehen.

Professor Dipl.-Ing. Karl R. Scheuter, Direktor des Instituts für Druckmaschinen und Druckverfahren der Technischen Hochschule Darmstadt, 6100 Darmstadt, Alexanderstraße 22.

Dipl.-Ing. Günay Dosdogru, wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Druckmaschinen und Druckverfahren der Technischen Hochschule Darmstadt, 6100 Darmstadt, Alexanderstraße 22.

<sup>1</sup> Bedeutung der Indices: G = Gehalt, B = bedruckt, L = Lösemittel.



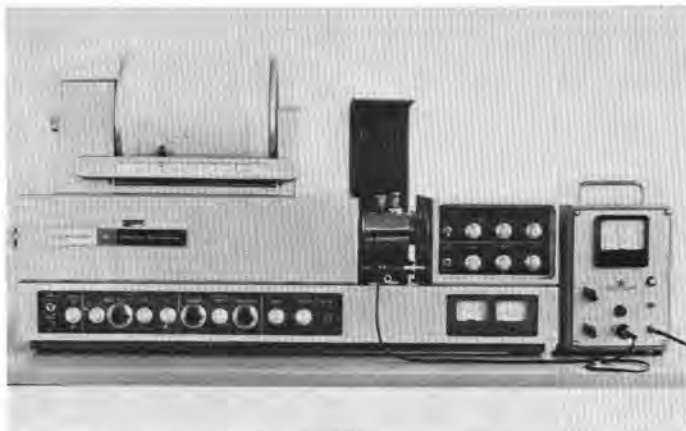


Bild 1: Infrarotspektralphotometer mit einer heizbaren Gasküvette im Strahlengang und auf der rechten Seite des Bildes Temperaturmeßgerät.

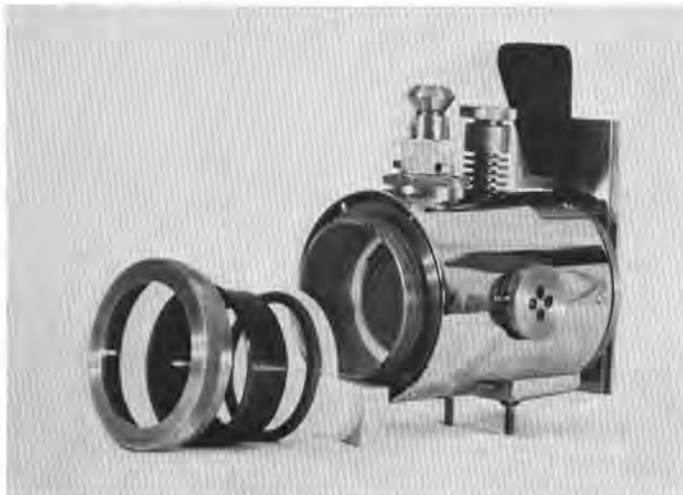
das dazu dient, die Gasküvette auf beliebige Temperaturen bis  $200^{\circ}\text{C}$  zu heizen und gleichzeitig gestattet, eine Temperaturregelung mit Hilfe der in der Küvette eingebauten Thermoelemente durchzuführen. Mit einer solchen Gasküvette können infrarottechnische Untersuchungen eines gasförmigen Mediums unter veränderlichen Gesamt- bzw. Partialdrücken oder auch unter veränderlichen Temperaturen durchgeführt werden.

Zur Prüfung der Methode wurden von mehreren frisch bedruckten Bogen einer illustrierten Zeitschrift (die Untersuchungen erfolgten innerhalb von 2 bis 3 Stunden nach dem Druckvorgang) Streifen von ca. 40–50 mm Breite und ca. 100–120 mm Länge sehr rasch herausgeschnitten und in gerolltem Zustand derart in die Gasküvette gesteckt, daß die Innenwand der Gasküvette mit dem Papier bedeckt war, so daß der Strahlengang in der Küvette nicht behindert wurde.

Zur Einbringung der Papierstreifen in den Innenraum der Gasküvette muß vorher eines der Küvettenfenster ausgebaut werden. Bild 2 zeigt die heizbare Gasküvette mit dem ausgebauten Vorderfenster (dem Strahleneingang zugekehrte Seite) und mit drei Papierlagen im gerollten Zustand im Inneren der Küvette.

Anschließend wird das Küvettenfenster wieder fest eingebaut. Das Ein- und Ausbauen der Fenster geschieht sehr rasch. Wenn die Gasküvette an allen nach dem Innenraum führenden Stellen (z. B. Gas-Ein- und -Auslaßventil, Einspritzstelle für Flüssigkeiten, die im gasförmigen Zustand untersucht werden sollen) dicht verschlossen ist, kann nun mit dem Heizvorgang der Gasküvette begonnen werden, der mit Hilfe des Temperaturmeßgerätes leicht

Bild 2: Heizbare Gasküvette mit drei Papierlagen im Inneren und mit ausgebautem Strahleneingangsfenster im Vordergrund.



zu überwachen ist. Die Temperatur der Gasküvette wird auf einen Wert eingestellt, der hoch genug sein muß, um das Restlösemittel des Druckproduktes im Innenraum der Küvette vollständig zum Verdunsten bringen zu können. Bei einer nochmaligen Untersuchung desselben Druckproduktes unter gleichen Bedingungen konnte kein Restlösemittelgehalt mehr nachgewiesen werden. Es ist aus physikalischen Gründen zu erwarten, daß ein Bruchteil der Restlösemittelmenge im Druckprodukt immer zurückbleibt. Diese Menge dürfte aber so gering sein, daß man die nach diesem Verfahren ermittelten Restlösemittelmengen als effektive Restlösemittelmenge betrachten kann.

Die Temperatur der Küvette darf aber wiederum nicht zu hoch sein, damit die schwer siedenden Bestandteile des Druckproduktes oder Zersetzungsprodukte – z. B. im Falle eines gestrichenen Papiers von der Streichmasse herrührend – die Untersuchung nicht verfälschen bzw. erschweren. Es muß also in der Küvette eine Art fraktionierte Destillation durchgeführt werden.

Die Untersuchungen beschränkten sich zunächst auf bedruckte Tiefdruckpapiere, die der Rollenrotationsmaschine einer Druckerei entnommen wurden. Es handelte sich um Mehrfarbendrucke (Schön- und Widerdruck), die mit toluolhaltigen Tiefdruckfarben bedruckt waren. Als Küvettemperatur wurde nach einigen Versuchen  $80^{\circ}\text{C}$  gewählt. Höhere Temperaturen z. B.  $130^{\circ}\text{C}$  (Toluolsiedetemperatur  $110^{\circ}\text{C}$ ) führten bei einem gestrichenen Papier zur Zersetzung der Streichmasse, die bei der Untersuchung der nicht bedruckten Papierproben der gleichen Sorte nachgewiesen werden konnte. In Bild 3 zeigen die Kurven 2a und 2b in Extinktion  $E = \log(I_0/I)$  bzw. in % Durchlässigkeit  $D = (I/I_0) \cdot 100$  angegeben, den Verlauf des Spektrums der Dämpfe, die bei einer Temperatur von  $80^{\circ}\text{C}$  von einem bedruckten Tiefdruckpapier verdunsteten<sup>2</sup>.

Als Abszisse ist die Wellenzahl

$$\nu [\text{cm}^{-1}] = \frac{10\,000}{\text{Wellenlänge } \lambda [\mu]} \quad (3)$$

aufgetragen. Der Wellenlängenbereich liegt zwischen  $\lambda = 2,5 \mu$  bis ca.  $18 \mu$ . Kurve 1 zeigt das Spektrum der leeren Gasküvette bei  $80^{\circ}\text{C}$  (praktisch mit Raumluft gefüllt).

Zwischen den Wellenzahlen  $4000$  bis  $3300 \text{ cm}^{-1}$  und ca.  $2100$  bis  $1250 \text{ cm}^{-1}$  sind Absorptionsbanden des Wasserdampfes zu sehen (s. Spektrum 1 und 2, Bild 3), die bei Spektrum 1 nur von der Raumluft herrühren und bei Spektrum 2 den im Papier enthaltenen sehr starken Feuchtigkeitsgehalt auch beinhalten. Die in Bild 3 mit einem Kreis gekennzeichneten Stellen der Spektren 2a und 2b zeigen die Absorptionsbanden des Toluoldampfes, die zum Toluolnachweis benutzt werden können. Dieser Nachweis ist auch aus Bild 4 zu ersehen, die einen Wellenlängenbereich zwischen  $12,5 \mu$  bis ca.  $15 \mu$  umfaßt. Hierbei zeigt die Kurve 1 das Teilspektrum der leeren Küvette (praktisch Extinktion der beiden Kochsalzfenster), Kurve 2 das Teilspektrum der Dämpfe der nicht bedruckten Papierprobe in der Küvette, Kurven 3 bis 5 die Teilspektren der Dämpfe des mit toluolhaltigen Farben bedruckten Papiers. Die Kurven 6 bis 12 stellen die Teilspektren des reinen Toluoldampfes bei verschiedenen Konzentrationen dar. Aus diesen ist zu ersehen, daß die Toluolbanden im dargestellten Bereich bei Wellenzahlen von  $727,4 \text{ cm}^{-1}$  ( $13,747 \mu$ ) bzw.  $693 \text{ cm}^{-1}$  ( $14,43 \mu$ ) liegen. Da die Kurven 1 und 2 bei diesen Wellenzahlen keine Banden aufweisen, dagegen aber Kurven 3 bis 5 genau bei diesen Wellenzahlen Banden besitzen, ist der Nachweis erbracht, daß es sich hierbei um Toluoldampf handeln muß. Es sind natürlich in den übrigen Bereichen des gesamten vom Gerät erfaßbaren Spektrums (Bild 3) noch weitere Toluolbanden vorhanden, die aber mit Wasserbanden bzw. mit Banden der Streichmasse zusammenfallen und für eine Analyse unbrauchbar sind.

Zur Durchführung der quantitativen Analyse ist eine Eichung notwendig. Zu diesem Zweck wird unter genauer Einhaltung der

<sup>2</sup>  $I_0$  und  $I$  sind jeweils die auf die Probe auftreffende, bzw. von der Probe durchgelassenen Lichtintensitäten bestimmter Wellenlängen.

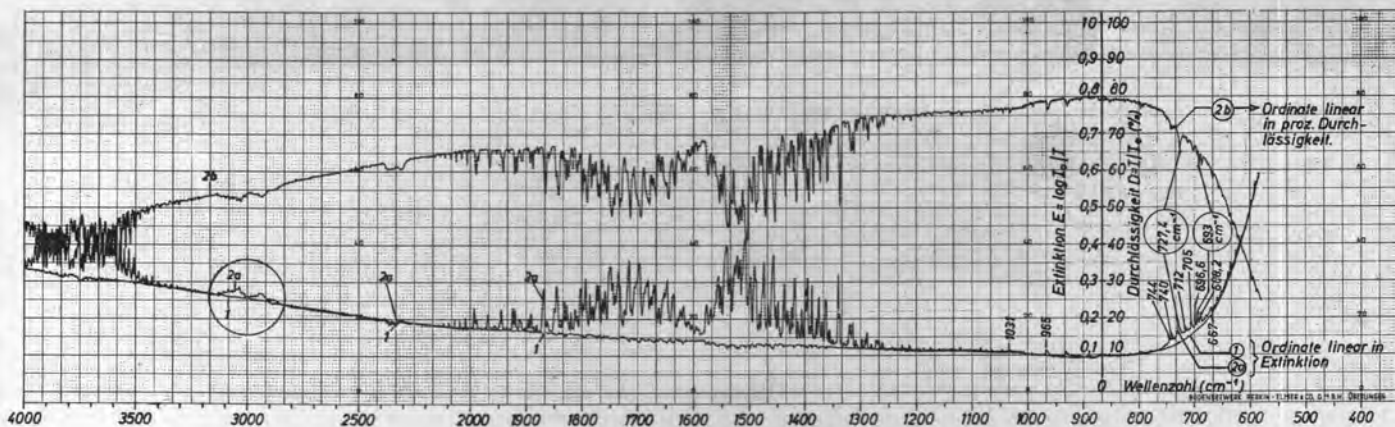


Bild 3: Kurve 1: Spektrum der leeren Gasküvette mit NaCl-Fenster (Raumlufffüllung). Kurve 2a und 2b: Spektrum der Dämpfe, die von einer bedruckten Papierprobe verdunsten. Alle Kurven wurden bei einer Küvetten temperatur von 80 °C aufgenommen.

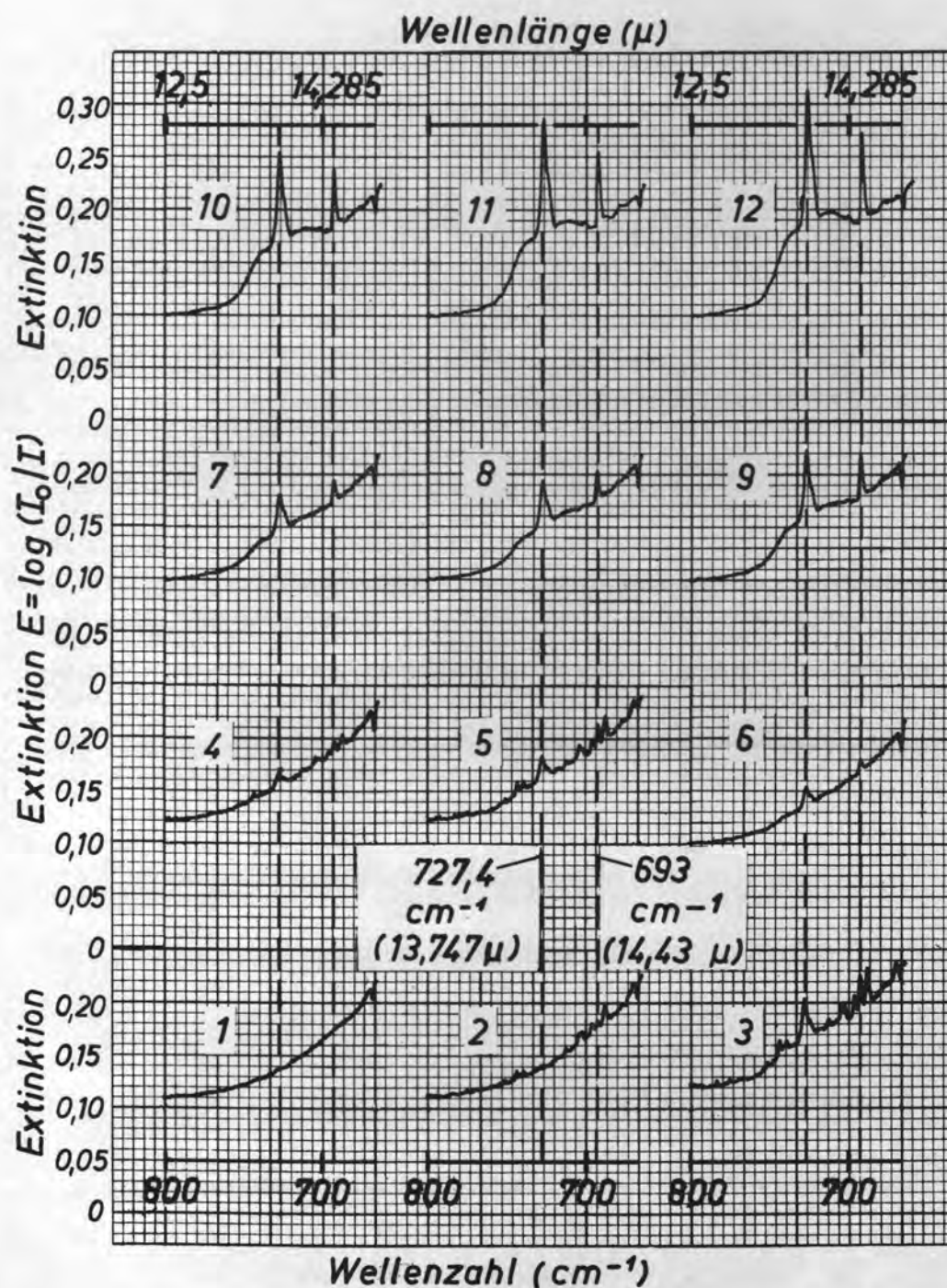


Bild 4: Teilspektren von der leeren Gasküvette (in der Küvette nur Raumluff vorhanden), von Dämpfen der verschiedenen bedruckten und nichtbedruckten Tiefdruckpapierproben und vom reinen Toluoldampf bei verschiedenen Konzentrationen in der Küvettenluft.

(Sämtliche Spektren sind bei einer Küvetten temperatur von 80 °C aufgenommen).

Nähere Erläuterungen zu Bild 4: (Eine Zahl als Index bedeutet Kurvennummer).

Kurve 1: leere Gasküvette

Kurve 2:  
Nichtbedrucktes Tiefdruckpapier  
mit einer Oberfläche von  
 $F_{B2} = 126,65 \text{ cm}^2$ , 3 Lagen.

Kurve 3:  
Bedrucktes Tiefdruckpapier,  
 $F_{B3} = 139,2 \text{ cm}^2$ , 3 Lagen.

Kurve 4:  
Bedrucktes Tiefdruckpapier,  
 $F_{B1} = 45,0 \text{ cm}^2$ , 1 Lage.

Kurve 5:  
Bedrucktes Tiefdruckpapier,  
 $F_{B5} = 86,0 \text{ cm}^2$ , 2 Lagen  
(sämtliche Papieroberflächen nur einseitig berücksichtigt);

Kurven 6 bis 12:  
reiner Toluoldampf mit den jeweils eingespritzten Toluolmengen von  
 $V_{L6} = 0,25 \mu\text{l}$ ;  $V_{L7} = 0,75 \mu\text{l}$ ;  $V_{L8} = 1,0 \mu\text{l}$ ;  
 $V_{L9} = 1,5 \mu\text{l}$ ;  $V_{L10} = 2,0 \mu\text{l}$ ;  $V_{L11} = 2,5 \mu\text{l}$ ;  
 $V_{L12} = 3,0 \mu\text{l}$ .



	Extinktion der Küvettenfenster (leere Küvette) $E_0 = \log(I_0/I)$	$\Delta E = E - E_0$ bei $727,4 \text{ cm}^{-1}$	Eingespritzte Toluolmenge $V_L [\mu\text{l}]$							
			0,25	0,50	0,75	1,0	1,5	2,0	2,5	3,0
Versuch Nr. 1	0,128	$\Delta E =$	0,025	0,0375	0,055	0,0675	0,09	0,125	0,155	0,180
Versuch Nr. 2	0,132	$\Delta E =$	0,0215	0,034	0,052	0,064	0,105	0,126	0,152	0,182
Versuch Nr. 3	0,128	$\Delta E =$	0,026	0,041	0,052	0,064	0,092	0,124	0,157	0,184

Tabelle 1

Versuchsbedingungen, die bei den Versuchen mit den Papierproben herrschten (Temperatur  $80^\circ \text{C}$ , Anfangsdruck der leeren nicht geheizten Gasküvette gleich den Atmosphärendruck, dicht verschlossene Küvette usw.), eine bestimmte Menge Toluol mit Hilfe einer geeichten Spritze (Hamiltonspritze), durch den Einspritzstutzen der Gasküvette (dicht verschlossener Gummipfropfen) in den Innenraum der Gasküvette eingespritzt. Das flüssige Toluol verdampft in der Gasküvette und verursacht, je nach eingespritzter Menge, eine Absorptionsänderung. Solche Teilspektren sind aus Bild 4, Kurven 6 bis 12, zu sehen. Wenn man dann die Extinktion  $E = \log(I_0/I)$  in Abhängigkeit der Probenkonzentration bzw. der eingespritzten Menge, bei konstantem Gesamtdruck und Temperatur aufträgt, erhält man eine Eichkurve, die zur Auffindung der unbekannten Menge dient. Normalerweise wird die Ordinate von vielen Spektralphotometern in Proz. Durchlässigkeit aufgezeichnet. Das verwendete Spektralphotometer besitzt aber auch eine Extinktionszusatzeinrichtung, die eine direkte lineare Aufzeichnung der Extinktion gestattet und somit die Auswertung bedeutend erleichtert. Aus diesem Grunde wurden bei sämtlichen Spektren mit Ausnahme des Spektrums 2b aus Bild 3, das nur zum Vergleich dienen sollte, die Extinktion über der Wellenzahl aufgetragen. Als Toluolschlüsselbande wurde die Bande bei  $727,4 \text{ cm}^{-1}$  ( $13,747 \mu$ ) gewählt, bei der die stärkste Absorption vorhanden ist. In Tab. 1 sind die Werte von drei verschiedenen Versuchen angegeben, wobei die Kurven 6 bis 12 aus Bild 4 zum Versuch Nr. 3 gehören. (Die Kurve für  $V_L = 0,5 \mu\text{l}$  Toluolmenge wurde aus Platzgründen weggelassen). Die Werte aus Tab. 1 sind in Bild 5 graphisch dargestellt, wobei als Ordinate  $\Delta E = E - E_0$ , mit  $E =$  Extinktion am Bandenmaximum,  $E_0 =$  Extinktion der leeren Küvette, beide bei der gleichen Wellenzahl ( $727,4 \text{ cm}^{-1}$ ), und als Abszisse die eingespritzte Toluolmenge  $V_L$  in  $\mu\text{l}$  aufgetragen ist. Die gestrichelte Linie stellt die Ausgleichskurve der Meßwerte dar. Man sieht, daß im dargestellten Bereich ein linearer Zusammenhang vorhanden ist, der auf die Gültigkeit des Lambert-Beer'schen Gesetzes deutet. Es fällt ferner auf, daß die gestrichelte Linie nicht durch den Koordinatenanfang geht, obwohl sie strenggenommen durch den Nullpunkt gehen müßte. Auch bei zahlreichen anderen Versuchen, die hier nicht aufgeführt sind, war immer eine positive Differenz  $\Delta E$ , niemals aber eine negative Differenz  $\Delta E$ , bei einer Toluolmenge  $V_L = 0$  festzustellen. Dieser Umstand deutet darauf hin, daß es sich hierbei um einen systematischen Fehler handelt, der beim Einspritzen entsteht. Es ist sehr naheliegend, daß beim Einspritzen ein Teil der Resttoluolmenge, die nach dem Einspritzvorgang in der Kanüle immer zurückbleibt – der Kolben geht nicht bis zur Nadelspitze – durch Verdampfung in die Gasküvette gelangt und somit in Wirklichkeit eine etwas höhere Toluolmenge eingespritzt wird als die auf dem Glaskolben der Spritze angezeigte. Vor jedem Einspritzvorgang wurde die Küvette vorsorglich evakuiert, um die noch vorhandenen Restgase vollständig zu entfernen. Anschließend wurde wieder bei richtigem Anfangsdruck und richtiger Temperatur ein Spektrum von der leeren Küvette aufgenommen, um zu prüfen, ob evtl. Restgase, herrührend vom vorherigen Versuch, noch vorhanden sind. Erst nach diesen Maßnahmen erfolgte eine neue Einspritzung. Aus diesem Grunde kann der obengenannte Fehler nur bei diesem Vorgang entstehen. Wie aus Bild 5 zu sehen ist, handelt es sich im Durchschnitt bei jeder Einspritzung immer um die gleiche fehlende Menge Toluol. Daher ist es berechtigt, als endgültige Eichkurve die mit der gleichen Neigung durch den Nullpunkt gehende, stark ausgezogene Linie zu wählen.

Nach Aufstellung dieser Eichkurve, die nur für einen bestimmten Anfangsgesamtdruck (Atmosphärendruck) und für eine Küvetten-temperatur von  $80^\circ \text{C}$  in Verbindung mit NaCl-Küvettenfenster gültig ist, kann man die in Bild 4 dargestellten Kurven 3 bis 5 auswerten.

Mit  $E_0 = 0,150$  für die leere Küvette und den aus den Kurven 3 bis 5 (Bild 4) entnommenen E-Werten, nämlich  $E_3 = 0,200$ ;  $E_4 = 0,168$  und  $E_5 = 0,182$  erhält man jeweils  $\Delta E_3 = 0,050$ ;  $\Delta E_4 = 0,018$  und  $\Delta E_5 = 0,032$ . Mit diesen Werten bekommt man aus der Eichkurve (Bild 5, stark ausgezogene Linie) jeweils folgende Toluolmengen:

$$V_{L3} = 0,875 \mu\text{l} \text{ bzw. } (\text{mm}^3); V_{L4} = 0,312 \mu\text{l} \text{ bzw. } (\text{mm}^3)$$

$V_{L5} = 0,563 \mu\text{l} \text{ bzw. } (\text{mm}^3)$ . Durch Einsetzen in Gl. (2) erhält man mit der Dichte  $\rho_L = 868 \text{ [kg/m}^3] = 0,868 \text{ [mg/mm}^3]$  des Toluols bei Raumtemperatur die Restlösemittelmenge  $m_L$ . Diese  $m_L$ -Werte, mit den jeweils dazugehörigen Flächenwerten  $F_B$  aus Bild 4 in Gl. (1) eingesetzt, führen zum Restlösemittelgehalt. Es ergibt sich:

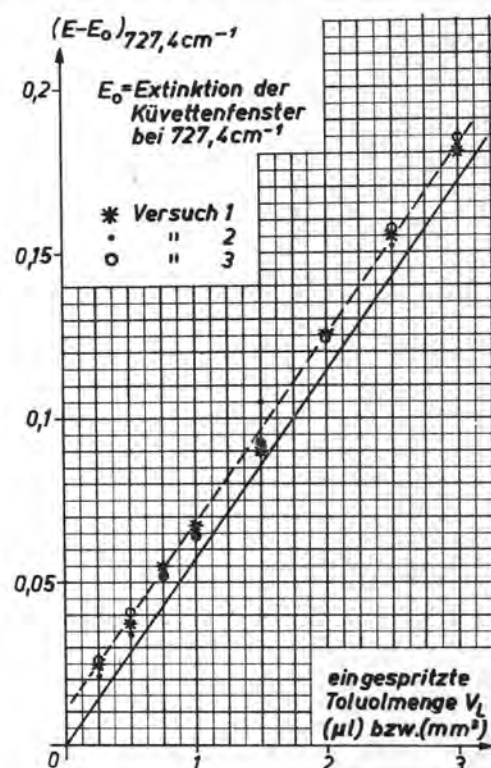
$$L_{G3} = 0,00545 \text{ mg/cm}^2 = 5,45 \mu\text{g/cm}^2 = 0,0545 \text{ g/m}^2$$

$$L_{G4} = 0,006 \text{ mg/cm}^2 = 6,0 \mu\text{g/cm}^2 = 0,060 \text{ g/m}^2$$

$$L_{G5} = 0,00568 \text{ mg/cm}^2 = 5,68 \mu\text{g/cm}^2 = 0,0568 \text{ g/m}^2$$

In diesem Heft ist auf Seite 39 ein korrigiertes Diagramm (Bild 10) der Veröffentlichung [1] zu finden, das den Restlösemittelgehalt nach Verlassen der Druckmaschine in Abhängigkeit der Zeit darstellt. Nach diesem Diagramm ist 2 bis 3 Stunden nach dem Druckvorgang an einer Zeitschrift, die auf einer Rollen-

Bild 5: Eichkurve zur Bestimmung des Restlösemittelgehaltes (Toluol) von bedruckten Papierproben (Werte aus Tabelle 1). Gültig für  $80^\circ \text{C}$  Küvetten-temperatur und für eine Gasküvette mit NaCl-Fenstern.



rotationsmaschine gedruckt ist, ein Restlösemittelgehalt von ca. 0,005 [mg/cm<sup>2</sup>] feststellbar.

Mit dem hier beschriebenen Infrarotmeßverfahren ergibt sich ein Restlösemittelgehalt von  $L_G = 0,0057$  [mg/cm<sup>2</sup>] als Durchschnittswert von drei Versuchen ( $L_{G3}$  bis  $L_{G5}$ ). Es besteht demnach eine gute Übereinstimmung zwischen beiden Messungen, obwohl es sich in beiden Fällen um gänzlich verschiedene Meßmethoden und verschiedene Zeitschriften handelt.

Man kann auch den Restlösemittelgehalt als eine gleichmäßig verteilt gedachte Toluolschichtdicke  $s_L$  auffassen. Nach der Formel (4)

$$s_L = V_L / F_B \quad (4)$$

erhält man:

$$s_{L3} = 0,0628 \mu; s_{L4} = 0,0694 \mu; s_{L5} = 0,0654 \mu.$$

Aus diesen Werten geht hervor, daß die prozentuale Abweichung zwischen den kleinsten ( $L_{G3}$  bzw.  $s_{L3}$ ) und größten Wert ( $L_{G4}$  bzw.  $s_{L4}$ ) bezogen auf den größten Wert ca. 10% beträgt. Es fällt auf, daß eine leichte Abnahme der jeweils ermittelten Restlösemittelgehalte mit zunehmender Oberfläche der untersuchten Papierproben auftritt. Muß das Papier in mehreren Lagen in die Küvette eingebracht werden, ist eine Behinderung der Diffusion denkbar. In einem solchen Falle würde im Strahlengang eine geringere Konzentration vorliegen, auch dann, wenn alle bedruckten Proben in Wirklichkeit den gleichen Restlösemittelgehalt besitzen würden. Doch kann diese Abnahme auch durchaus zufällig sein, denn die jeweils untersuchten Papierproben wurden an verschiedenen Stellen einer illustrierten Zeitschrift herausgeschnitten, so daß immer ein anderes Druckmuster und folglich auch verschiedene Farbmengen vorlagen.

Sicher ist es nicht ratsam, zu viele Lagen in der Gasküvette unterzubringen. Diese Notwendigkeit kann allerdings bei noch kleineren Restlösemittelgehalten durchaus bestehen. In solchen Fällen besteht immer noch die Möglichkeit, mit Hilfe der Ordinatendehnung des Spektralphotometers die Peakhöhe bis zu einem 20fachen Betrag der normalen Höhe zu vergrößern und somit die Nachweisempfindlichkeit zu erweitern. Eine weitere Steigerung

der Nachweisempfindlichkeit kann ferner durch eine höhere Küvettentemperatur erzielt werden, allerdings nur soweit, als vom Bedruckstoff her keine Bedenken vorhanden sind. Es ist ferner denkbar, bei entsprechender Konstruktion der Gasküvette unter einem genau definierten Vakuum zu arbeiten. Die Küvettentemperatur könnte dann bei gleichbleibender Nachweisempfindlichkeit niedriger gehalten werden. Mit einer derartigen Einrichtung könnte der Restlösemittelgehalt zerstörungsfrei bestimmt werden. Bei 80°C Küvettentemperatur weisen die Papierproben nämlich nach der Messung bereits eine leichte Vergilbung auf. Dies ist bei weitem nicht so schlimm wie die totale Zerstörung des Druckproduktes als Folge des bei der gaschromatographischen Bestimmung des Restlösemittelgehaltes notwendigen Destillationsvorganges.

#### Zusammenfassung:

Zur Bestimmung des Restlösemittelgehaltes eines beliebigen Druckproduktes ist eine mit Infrarotstrahlung arbeitende, sehr einfach und schnell durchführbare Methode entwickelt worden. Mittels eines IR-Spektralphotometers und einer dazugehörigen heizbaren Gasküvette als Zusatzgerät, wird sowohl qualitativ als auch quantitativ eine sehr hohe Nachweisempfindlichkeit erzielt, wobei die zu behandelnden Proben nach dem Meßvorgang als einzugsichtbare Strukturveränderung nur eine leichte Vergilbung aufweisen. Mit Hilfe dieser Meßmethode konnte von einer im Tiefdruckverfahren mit toluolhaltigen Farben bedruckten illustrierten Zeitschrift ca. 2 bis 3 Stunden nach dem Druckvorgang im Durchschnitt ein Restlösemittelgehalt (Toluol) von  $L_G = 0,057$  [g/m<sup>2</sup>] nachgewiesen werden.

#### Literaturverzeichnis:

- [1] W. Eschenbach — K. Wagenbauer — H. O. Fink, Untersuchung der die Trocknung in Tiefdrucktrockenanlagen beeinflussenden Faktoren. Archiv für Druck und Papier. Erste Ausgabe, 1. Vierteljahr, 1964. Siehe auch Berichtigung in Archiv für Drucktechnik (1) 1969.
- [2] M. A. Dätwyler, Entwicklung und Anwendung einer neuen Methode zur Untersuchung der physikalischen Trocknung von Lacken, 1960, Dissertation E. T. H., Zürich, Prom. Nr. 2892.

Finanzieller Träger des vorstehenden Forschungsthemas ist die Forschungsgesellschaft Druckmaschinen e. V. mit Zuwendungen des Bundeswirtschaftsministeriums über die Arbeitsgemeinschaft Industrieller Forschungsvereinigungen (AIF).

## Etudes spectroscopiques infrarouges pour le décellement qualitatif et quantitatif de solvants résiduels dans des héliogravures

Le degré de séchage d'un produit d'impression dépend de la teneur résiduelle en solvant dans ce produit. Une indication directe sur le degré de séchage n'est donc pas possible que par une détermination de la teneur résiduelle en solvant sur ce produit d'impression même. Pour la détermination de la teneur résiduelle en solvant d'un produit quelconque, l'on a développé une méthode très simple et rapide opérant avec des rayons infrarouges. Un spectrophotomètre infrarouge et une cuve à gaz chauffable, comme dispositif additionnel, permettent une très

grande sensibilité de décellement tant quantitativement que qualitativement. Le seul changement structurel visible sur les échantillons après le mesurage n'est qu'un petit jaunissement. Dans une revue illustrée, imprimée en héliogravure avec des encres contenant du toluol, on a pu déceler à l'aide de cette méthode, environ deux à trois heures après l'impression, une teneur résiduelle en solvant (toluol) de  $L_G = 0,057$  (g/mètre carré) en moyenne.

*Zulässiger Restlösemittelgehalt (beanspruchungsabhängig!)*

*Papier ca  $L_G \leq 0,1$  [g/m<sup>2</sup>] [Zeitschriften]*

*Folien ca  $L_G \leq 0,01$  [g/m<sup>2</sup>]*

Druck: P. Keppler Verlag KG, Abt. Central-Druck, 6056 Heusenstamm, Industriestraße 2

*Restlösemittelgehalt wird auf die gesamte Fläche bezogen! Angaben sind deshalb nur Richtwerte!*